

**SUBSTRATE HOLDER**

Patent Number: JP2000277592

Publication date: 2000-10-06

Inventor(s): ENDO KAZUNORI; SHIBUKAWA KAZUNORI; WATANABE TSUYOSHI; INOUE KATSURO; MURAKAMI YOSHIHIKO; HASHIMOTO MASAYUKI; IKUHARA YUKIO

Applicant(s): SUMITOMO OSAKA CEMENT CO LTD

Requested Patent: ☐ JP2000277592

Application Number: JP19990076775 19990319

Priority Number (s):

IPC

Classification: H01L21/68; C04B37/00; H01L21/205

EC

Classification:

Equivalents:

---

**Abstract**

---

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a substrate holder excellent in plasma stability in which the joint is not cracked even if it is subjected to a thermal load, e.g. repeated temperature rise or temperature drop, or exposed to high temperature atmosphere for a long time and the possibility of heavy metal contamination is eliminated by preventing a metallic electrode plate from being exposed to plasma.

**SOLUTION:** The substrate holder comprises a basic body 2 of sintered ceramics, a sintered ceramics plate 3 entirely covering the joint face of the basic body, a metallic electrode plate 4 grasped between the basic body and the cover plate, and an applying electrode 5 having one end connected with the electrode plate wherein the basic body and the cover plate are jointed airtightly and an oxynitride glass layer containing at least two kinds of element selected from group III a elements, aluminum and silicon is formed on the joint interface.

---

Data supplied from the esp@cenet database - I2

JP 2000-277592, A

[Title of the Invention]

SUBSTRATE-HOLDING DEVICE

[Abstract]

[Object] To provide a substrate-holding device which is excellent in stability against plasma, of which bonding parts are not cracked even when the device is burdened with thermal load by repeated heating and cooling and exposed to high temperature atmosphere for a long duration, of which an electrode plate made of a metal is prevented from exposure to plasma and, accordingly, which is free from heavy metal contamination.

[Solution] A substrate-holding device 1 comprises: a substrate 2 made of a ceramic sintered body; a covering plate 3, made of a ceramic sintered body, for covering the entire region of the bonding face of the substrate; an electrode plate 4 made of a metal, which is held between the substrate and the covering plate; and an electrode 5 for application having one end connected to the electrode plate 4, wherein the substrate and the covering plate are air-tightly bonded to each other by an adhesive, and an oxynitride glass layer containing at least two elements selected from group IIIa elements in the periodical table, aluminum and silicon is formed in the bonding interface.

[Claims]

1. A substrate-holding device comprising: a substrate made of a

ceramic sintered body; a covering plate, made of a ceramic sintered body, for covering the entire region of the bonding face of the substrate; an electrode plate made of a metal, which is held between the substrate and the covering plate; and an electrode for application having one end connected to the electrode plate, wherein the substrate and the covering plate are air-tightly bonded to each other by an adhesive, and an oxynitride glass layer containing at least two elements selected from group IIIa elements in the periodical table, aluminum and silicon is formed in the bonding interface.

2. The substrate-holding device according to Claim 1, wherein the electrode plate functions as an electrode for plasma generation by application of a high frequency voltage and/or an electrode for electrostatic attraction by application of a direct current voltage.

3. The substrate-holding device according to Claim 1, wherein the ceramic sintered body is an aluminum nitride sintered body or an aluminum nitride-based sintered body and the electrode plate is made of a high melting point metal such as molybdenum, tungsten, tantalum, niobium or an alloy thereof.

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Technical Field of the Invention]

The present invention relates to a substrate-holding device to be employed for film formation process of a wafer in a semiconductor producing device or the like.

[0002]

[Prior Art]

In semiconductor producing process using plasma, a stage to mount a substrate thereon is required to have a variety of functions. For example, plasma generation function, electrostatic attraction function for close adhesion of a substrate to the stage, temperature control function for keeping the substrate temperature and the like. If one united stage satisfies all of these functions, a remarkably compact and highly efficient substrate-holding device can be obtained.

[0003]

Conventionally, a substrate-holding device which comprises an attraction face formed by bonding an electrode plate made of metal to a substrate made of an aluminum nitride ceramic or the like and further forming an aluminum nitride film on the surface of the electrode plate and which is made possible to apply high frequency voltage for plasma generation and/or direct current high voltage for electrostatic attraction to the electrode plate has been known.

[0004]

Also, as another substrate-holding device, has been known a device which comprises a plate-like plasma electrode made of a high melting point metal such as molybdenum, which is held between two upper and lower aluminum nitride ceramics, wherein the aluminum nitride ceramics are bonded with each other by a heat resistant and insulating glassy adhesive.

[0005]

[Problems]

With respect to a substrate-holding device in which an electrode plate made of a metal is covered with aluminum nitride films among substrate-holding devices based on conventional techniques, since the aluminum nitride film is formed by a vapor phase growth method such as CVD, the adhesion strength of the film is not necessarily sufficient and when the film thickness is made thick, the film is easily peeled and therefore the film thickness is limited to about 10  $\mu\text{m}$ . When the film thickness is 10  $\mu\text{m}$  or less, there is such a problem of that a portion of the aluminum nitride film to be exposed to plasma is hit with radical molecules and atoms and thus made thin and the volume resistance is decreased to result in difficulty of even plasma generation and inferior durability.

[0006]

Further, with respect to the substrate-holding device in which aluminum nitride ceramics are bonded with each other by a heat resistant glassy adhesive, since the device is burdened with high thermal load by repeated heating and cooling and exposed to high temperature atmosphere for a long duration, and bonding strength of the bonding parts has large dispersion, there occur the problems that cracks are easily formed in the bonding parts and that the metal electrode for plasma generation is exposed to plasma and contamination by heavy metals derived from a metal electrode material arises.

[0007]

[Problems to be Solved by the Invention]

The present invention is accomplished in consideration of the

above-mentioned problems of conventional techniques and an object of the present invention is to provide a substrate-holding device which is excellent in stability against plasma, of which bonding parts are not cracked even when the device is burdened with thermal load by repeated heating and cooling and exposed to high temperature atmosphere for a long duration, of which an electrode plate made of a metal is prevented from exposure to plasma, and which is free from heavy metal contamination.

[0008]

[Means for Solving the Problems]

As practical means for effectively solving the above-mentioned problems, a substrate-holding device relevant to Claim 1 is a substrate-holding device comprising: a substrate made of a ceramic sintered body; a covering plate, made of a ceramic sintered body, for covering the entire region of the bonding face of the substrate; an electrode plate made of a metal, which is between the substrate and the covering plate; and an electrode for application having one end connected to the electrode plate, wherein the substrate and the covering plate are air-tightly bonded to each other by an adhesive, and an oxynitride glass layer containing at least two elements selected from group IIIa elements in the periodical table, aluminum and silicon is formed in the bonding interface.

[0009]

In a substrate-holding device according to Claim 2, the electrode plate functions as an electrode for plasma generation by application of a

high frequency voltage and/or an electrode for electrostatic attraction by application of a direct current voltage.

[0010]

In a substrate-holding device according to Claim 3, the ceramic sintered body comprises an aluminum nitride sintered body or an aluminum nitride-based sintered body and the electrode plate is made of a high melting point metal such as molybdenum, tungsten, tantalum, niobium or an alloy thereof.

[0011]

[Embodiment of the Invention]

Hereinafter, an embodiment of the present invention will be described with reference to the drawings. The description of the embodiment is only for enabling the present invention to be understood purely by way of non-limiting example and it is not intended that the present invention be limited to the illustrated embodiments.

[0012]

In this embodiment, as illustrated in Fig. 1 and Fig. 2, a substrate-holding device 1 comprises a substrate 2 made of a ceramic sintered body and having a recessed groove 11 in the top face, an electrode plate 4 made of a metal which is fitted in the recessed groove 11, a covering plate 3 made of a ceramic sintered body covering the entire region of the substrate 2 and the electrode plate 4, which is mounting a substrate (not illustrated) thereon, an application electrode 5 for applying high frequency voltage for plasma generation and/or direct current voltage for electrostatic attraction, having one end connected to the

electrode 4, which is made of molybdenum excellent in heat resistance, and a thermocouple 6 for measuring the temperature of the covering plate 3.

[0013]

The substrate 2 and the covering plate 3 are air-tightly bonded to each other by an adhesive and an oxynitride glass layer containing at least two elements selected from group IIIa elements in the periodical table, aluminum and silicon is formed in the bonding interface and the thickness of the bonding layer 7 after bonding is controlled to be 5 to 180  $\mu\text{m}$ .

[0014]

Further, in the substrate-holding device 1 according to this embodiment, heater elements 8 may be embedded in the inside of the substrate 2. That is, the substrate 2 comprises a substrate lower plate 2a made of a ceramic sintered body having recessed grooves 12 in the top face, the heater elements 8 fitted in the recessed grooves 12, a substrate upper plate 2b made of a ceramic sintered body which is covering the entire region of the substrate lower plate 2a and the heater elements 8, and at least a pair of electrodes 9 for feeding a power to the heaters which is connected to the heater elements 8 at one end and which is made of molybdenum excellent in heat resistance.

[0015]

The substrate lower plate 2a and the substrate upper plate 2b are air-tightly bonded by an adhesive and an oxynitride glass layer containing at least two elements selected from group IIIa elements in the



periodical table, aluminum and silicon is formed in their bonding interface. The thickness of the bonding layer 10 after bonding is controlled to be 5 to 180  $\mu\text{m}$ .

[0016]

Hereinafter, the requirements for the respective components composing the present invention will be described in detail.

[Electrode plate]

Plasma can be generated by applying high frequency voltage to the electrode plate 4 through the application electrode 5 from a plasma generation power source. At that time, since the electrode plate 4 is a metal plate having a sufficient thickness  $T_1$  of 0.025 mm or more, it has the following advantageous points: (1) there is no risk of burning out and disconnection by heat generation even when high frequency voltage is applied; (2) plasma can be densely, stably and evenly generated in the whole region unlike the case of plasma generation by using a lattice type or mesh type electrode; and (3) connection of the electrode plate 4 and the electrode 5 for application can be reliably formed between a plane and a rod.

[0017]

When a direct current high voltage of about 500 V is applied to the foregoing electrode plate 4 through the application electrode 5 from an electrostatic attraction power source, the covering plate 3 functions as an insulator and an object to be attracted such as a silicon substrate can be electrostatically attracted. When a high frequency voltage from a power source for generating plasma and a direct current high voltage

from a power source for electrostatic attraction are applied to the electrode plate 4, a filter capable of cutting the high frequency may be installed between the power source for electrostatic attraction and the electrode for power application.

[0018]

Further, the above-mentioned electrode plate 4 is preferably made of a high melting point metal such as molybdenum, tungsten, tantalum, niobium or an alloy thereof because (1) the plate is provided with a thermal expansion coefficient close to that of a ceramic; (2) it is stable at a heating temperature and in the atmosphere in the bonding step; (3) it has a low intrinsic resistance; and (4) it can be used for a long duration in a practical use temperature range from room temperature to 1000°C.

[0019]

[Ceramic sintered body]

Materials for the above-mentioned substrate lower plate 2a, substrate upper plate 2b, and covering plate 3 are not particularly limited; however, they are preferably formed from an aluminum nitride sintered body or an aluminum nitride-based sintered body owing to high thermal conductivity, mechanical strength, resistance to plasma, and durability to plasma cleaning gases such as  $\text{CF}_4$ ,  $\text{C}_2\text{F}_6$  and  $\text{C}_3\text{F}_8$ . Those produced by known methods can be used as the aluminum nitride sintered body and the aluminum nitride-based sintered body.

[0020]

[Glassy adhesive]

The following is the reason for using the oxynitride glass layers

containing at least two elements selected from group IIIa elements in the periodical table, aluminum and silicon as bonding layers for air-tightly bonding the substrate 2 holding the electrode 4 to the covering plate 3 and the substrate lower plate 2a embedding the heater elements therein and the substrate upper plate 2b and owing to the use of the glassy bonding layers, the air-tightness of the bonding parts 7 and 10 can be remarkably improved and the air-tightness can be kept for a long duration.

[0021]

That is, the oxynitride glass having the above-mentioned components has good wettability to a ceramic sintered body, excellent bonding strength, good air-tightness in the bonding parts 7 and 10, narrow dispersion of the bonding strength, and excellent heat resistance.

[0022]

The thermal expansion coefficient of the oxynitride glass containing the above-mentioned components is  $3 \times 10^{-6}$  to  $8 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$  and almost same as or close to the thermal expansion coefficient of an aluminum nitride sintered body ( $3.8 \times 10^{-6}$  to  $4.7 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ ) which is preferably used among ceramic sintered bodies. Accordingly, damages of the bonding layers 7 and 10 by thermal stress at the time of application of heat load for repeated temperature increase and decrease, that is occurrence of cracking, can be avoided. Therefore, the air-tightness of the bonding layers 7 and 10 can be maintained for a long duration. Further, the glass softening point  $T_g$  of the oxynitride glass layer containing the above-mentioned components is as high as 850 to 950°C

and the bonding layers 7 and 10 are not deteriorated even after exposure to high temperature atmosphere for a long duration.

[0023]

The adhesives capable of forming the oxynitride glass layers can be produced as follows. At first, silicon dioxide and aluminum oxide or compounds to be these oxides by heating are mixed with oxides of at least two elements selected from group IIIa elements in the periodical table as raw material powders for a bonding material.

[0024]

The oxides of group IIIa elements in the periodical table are not particularly limited and examples thereof may include  $Y_2O_3$ ,  $Dy_2O_3$ ,  $Er_2O_3$ ,  $Gd_2O_3$ ,  $La_2O_3$ ,  $Yb_2O_3$ ,  $Sm_2O_3$  and the like. Among them, in view of the cost and the availability,  $Y_2O_3$  is most preferable as one of the oxides of the group IIIa elements and  $Dy_2O_3$ ,  $Er_2O_3$  and  $Yb_2O_3$ , which are easy to form full solid-solution with  $Y_2O_3$  are preferable as other oxides of the group IIIa elements and especially  $Dy_2O_3$  is particularly preferable in view of the cost.

[0025]

The composition ratios of the above-mentioned respective components are not particularly limited; however, it is preferable to mix these components so as to obtain a melt containing at least two elements selected from group IIIa elements in the periodical table in the total amount of 20 to 50% by weight in terms of oxide, silicon dioxide in an amount of 30 to 70% by weight, and aluminum oxide 10 to 30% by weight since the obtained melt has a low melting point and excellent wettability

to a ceramic member or the like. Further, in the case where the elements selected from group IIIa elements in the periodical table are two elements, it is preferable to mix oxides of these two group IIIa elements at about 1 : 1 mole ratio since the melting temperature of the obtained bonding material becomes lowest.

[0026]

The above-mentioned raw material mixed powder is pulverized to, for example, a diameter of 5  $\mu\text{m}$  or less and, after being melted at 1500 to 1700°C, the raw material mixture was quenched to obtain a glassy cooled material and the material is again pulverized to about a diameter of 5  $\mu\text{m}$  to obtain an adhesive of the molten fine powder with a uniform composition. The atmosphere for the production of the adhesive is not particularly limited; however, when the production steps are carried out in nitrogen atmosphere, oxynitride glass is formed and when in non-nitrogen atmosphere, oxide glass is formed. In the present invention, it is indispensable to form an oxynitride glass layer in the bonding interface, so that it is preferable to carry out the steps of producing the bonding material in nitrogen-containing atmosphere so as to previously vitrify the bonding material to be oxynitride. The nitrogen-containing atmosphere may be produced using  $\text{N}_2$  gas,  $\text{H}_2\text{-N}_2$  mixed gas or  $\text{NH}_3$  gas.

[0027]

Further,  $\text{Si}_3\text{N}_4$  powder and/or  $\text{AlN}$  powder in an amount of 1 to 50% by weight out of the total weight is preferable to be added to the above-mentioned bonding material. That is, addition of  $\text{Si}_3\text{N}_4$  powder

and/or AlN powder decreases the thermal expansion coefficient of the oxynitride glass and, also, improves the heat resistance. When the addition amount is less than 1% by weight, the addition is meaningless and when it exceeds 50% by weight, the adhesion strength is inversely decreased. The particle size of the  $\text{Si}_3\text{N}_4$  powder and/or AlN powder is not particularly limited; however, the powder with an average particle diameter of 0.8  $\mu\text{m}$  or less is preferable in view of formation of oxynitride glass with an even concentration.

[0028]

[Thickness of bonding layer]

The reason for adjusting the thickness of the bonding layer 7 of the substrate 2 and the covering plate 3 after bonding to be preferably 5 to 180  $\mu\text{m}$  and the thickness of the bonding layer 10 of the substrate lower plate 2b and the substrate upper plate 2b after bonding to be preferably 5 to 180  $\mu\text{m}$  is as follows and the air-tightness of the bonding parts can be firmly maintained.

[0029]

That is, when the thickness of the bonding layer 7 is less than 5  $\mu\text{m}$ , fillet formation in the end parts of the bonding layer 7 is insufficient. Therefore, air-tightness of the bonding part 7 cannot be secured and the bonding strength is also insufficient. On the other hand, when the thickness of the bonding layer 7 exceeds 180  $\mu\text{m}$ , although the air-tightness of the bonding layer 7 can be secured, the bonding strength tends to be easily decreased. Owing to the heating at the time of bonding, the melted glassy adhesive flows out of the end parts of the

bonding layer 7 to make it impossible to bond the substrate 2 and the covering plate 3 in parallel. Accordingly, the production yield is decreased and the bonding work is possibly interrupted in some cases.

[0030]

Meanwhile, when the thickness of the bonding layer 10 is less than 5  $\mu\text{m}$ , fillet formation in the end parts of the bonding layer 10 is insufficient. Therefore, air-tightness of the bonding part 10 cannot be secured and the bonding strength is also insufficient. On the other hand, when the thickness of the bonding layer 10 exceeds 180  $\mu\text{m}$ , although the air-tightness of the bonding layer 10 can be secured, the bonding strength tends to be easily decreased. Owing to the heating at the time of bonding, the melted glassy adhesive flows out of the end parts of the bonding layer 10 to make it impossible to bond the substrate lower plate 2a and the substrate upper plate 2b in parallel. Accordingly, the production yield is decreased and the bonding work is possibly interrupted in some cases.

[0031]

[Heater element]

A material for the above-mentioned heater elements 8 is not particularly limited; however, because of the following reasons, the material is preferably a silicon carbide sintered body obtained by sintering without additive addition and having a sintered density of 2.8  $\text{g}/\text{cm}^3$  or more and a specific electric resistance of 0.1  $\Omega\text{cm}$  or less at room temperature. The covering plate 3 can be maintained at a prescribed temperature by applying an electric power to the heater elements 8.

[0032]

The heater elements 8 made of such a silicon carbide sintered body can be produced by any of the following summarized methods described, for example, in Japanese Unexamined Patent Publication No. 4-65361.

(1) A first silicon carbide powder with an average particle diameter of 0.1 to 10  $\mu\text{m}$  and a second silicon carbide powder having an average particle diameter of 0.1  $\mu\text{m}$  or less, which is obtained by introducing raw material gases consisting of a silane compound or a halogenated silicon together with a hydrocarbon into plasma in non-oxidizing atmosphere and carrying out vapor phase deposition while controlling the pressure of the reaction system to be less than one atmospheric pressure to 0.1 torr are mixed and sintered by firing to obtain a silicon carbide sintered body and the sintered body is subjected to electric discharge processing according to desired patterns to obtain heater elements.

[0033]

(2) A silicon carbide powder having an average particle diameter of 0.1  $\mu\text{m}$  or less, which is obtained by introducing raw material gases consisting of a silane compound or a halogenated silicon together with a hydrocarbon into plasma in non-oxidizing atmosphere and carrying out vapor phase deposition while controlling the pressure of the reaction system to be less than one atmospheric pressure to 0.1 torr is sintered by firing to obtain a silicon carbide sintered body and the sintered body is subjected to electric discharge processing according to desired patterns to



obtain heater elements.

[0034]

Accordingly, since these heater elements 8 are made of silicon carbide sintered bodies obtained by sintering without additive addition, that is, without foreign substance addition, they are even. Consequently, no partial abnormal heat generation takes place and partial melting of the bonding layer 10 and consequent leakage in the bonding parts are not caused. As a result, the air-tightness of the bonding layer 10 can be further reliably secured.

[0035]

Since the sintered bodies are extremely pure owing to no additive addition and have a density as high as 2.8 g/cm<sup>3</sup> sintering density, even when leakage occurs in the bonding parts and the air-tightness is deteriorated, no additive, that is no impurity, is evaporated from the heater elements 8 and for that, there is no risk of pollution in a reaction chamber. Further, since the sintered bodies are excellent also in the high temperature strength, deformation and disconnection of the heater elements 8 by thermal impacts do not occur and also since the specific electric resistance is as low as 1  $\Omega \cdot \text{cm}$  or less at room temperature, it is not required for the heater elements 8 to be made fine and thin. Therefore, there is no risk of disconnection of the heater elements 8.

[0036]

The substrate-holding device according to this embodiment can be produced as follows, for example. The substrate lower plate 2b having recessed grooves in the surface and the substrate upper plate 2a are

formed by pressing a die having projected parts in the surface to ceramic formed bodies and sintering the formed bodies. The sintering conditions such as sintering temperature or the like may be controlled according to those in a conventional method. The covering plate 3 is also formed by a conventional method.

[0037]

The electrode plate 4 and the heater elements 8 formed by the above-mentioned method are arranged so as to fill the recessed grooves 10 of the substrate upper plate 2b and the recessed grooves 11 of the substrate lower plate 2a, respectively.

[0038]

Next, the above-mentioned finely pulverized glassy adhesive is mixed with a screen oil to produce a paste and the paste type glassy adhesive is applied to the respective bonding faces of the substrate lower plate 2a whose recessed grooves 11 are filled with the heater elements 8 and the substrate upper plate 2b as well as to the respective bonding faces of the substrate upper plate 2b whose recessed grooves 10 are filled with the electrode plate 4 and the covering plate 3, and dried at 100 to 200°C.

[0039]

After that, while holding the heater elements 8 and the electrode plate 4, respectively, through the faces coated with the glassy adhesive, the substrate lower plate 2a, the substrate upper plate 2b and the covering plate 3 are laminated and the glassy adhesive is melted by heating in an electric furnace and bonding is performed by heating at

1300 to 1500°C for 5 to 40 minutes.

[0040]

The heating is carried out in normal pressure or under pressure of about 10 atmospheric pressure or less. The atmosphere at the time of heating differs depending on the adhesive to be employed. That is, in the case of using an adhesive containing oxynitride glass, since the adhesive is previously converted into oxynitride, the atmosphere may be no nitrogen-containing atmosphere; however, nitrogen-containing atmosphere is preferable. On the other hand, in the case of an oxide glass-containing adhesive is used, a nitrogen source is required for converting the oxide glass into oxynitride and heating is carried out in nitrogen-containing atmosphere. The nitrogen-containing atmosphere can be produced by using  $N_2$  gas,  $H_2-N_2$  mixed gas,  $NH_3$  gas or the like.

[0041]

The heated and melted adhesive is provided with bonding strength by cooling and solidifying treatment and it is preferable to gradually cool the adhesive but not quench it quickly so as to keep the intake of nitrogen high and stabilize the oxynitride glass layers. The cooling rate is preferably 50°C/min or less, more preferably 30°C/min or less.

[0042]

In order to adjust the thickness of the bonding layers 7 and 10 after bonding to be in the above-mentioned range, the treatment conditions such as the amount ratios of the finely pulverized glassy adhesive and the screen oil, the application amount of the paste type

glassy adhesive, the heating temperature at the time of bonding and the duration should be properly controlled.

[0043]

[Examples]

Hereinafter, examples of the present invention will be described in detail.

[Examples 1 to 5]

A substrate lower plate made of an aluminum nitride sintered body having a diameter of 220 mm, a thickness of 15 mm and spiral recessed grooves with a width of 5 mm and a depth of 3 mm in the surface for disposing heater elements therein; a substrate upper plate made of an aluminum nitride sintered body having a diameter of 220 mm, a thickness of 8 mm and a circular recessed groove with a diameter of 200 mm and a depth of 3 mm in the surface for disposing an electrode plate made of metal therein; and a covering plate made of an aluminum nitride sintered body with a diameter of 220 mm and a thickness of 1 mm were produced by a conventional method.

[0044]

On the other hand, heater elements with a shape to be disposed in the above-mentioned spiral recessed grooves and made of a silicon carbide sintered body obtained by sintering without addition of a sintering aid or additive for providing conductivity and having a sintered density of 3.1 g/cm<sup>3</sup> and a specific electric resistance of 0.05  $\Omega \cdot \text{cm}$  at room temperature were produced by the production method (1) described in the paragraph [0033]. The average particle diameter of the first silicon carbide powder

to be employed in the production method (1) was  $0.7\text{ }\mu\text{m}$  and the addition amount was 95% by weight; the average particle diameter of the second silicon carbide was  $0.01\text{ }\mu\text{m}$  and the addition amount was 5% by weight; and the hot press sintering conditions were  $400\text{ kg/cm}^2$  press pressure,  $2200^\circ\text{C}$  sintering temperature and 90 minutes sintering duration. As the electrode plate, a molybdenum plate with a diameter of 200 mm and a thickness of 0.3 mm was made ready.

[0045]

Next, glassy adhesives (particle diameter of about  $2\text{ }\mu\text{m}$ ) having the compositions shown in Table 1 were mixed with a commercially available screen oil to produce pastes and the obtained paste type glassy adhesives were applied to the respective bonding faces of the substrate lower plate whose spiral recessed grooves were filled with the heater elements and the substrate upper plate as well as to the respective bonding faces of the substrate upper plate whose recessed groove was filled with the electrode plate and the covering plate, and dried at  $100$  to  $200^\circ\text{C}$ .

[0046]

After that, while holding the above-mentioned heater elements and electrode plate, through the faces coated with the glassy adhesive, the substrate lower plate, the substrate upper plate and the covering plate were laminated and the glassy adhesive was melted by heating in an electric furnace under  $\text{N}_2$  gas atmosphere and air-tight bonding was performed by heating at  $1400^\circ\text{C}$  for 20 minutes. The cooling rate was  $25^\circ\text{C/min}$  and the thickness of both bonding layers after the bonding was

50  $\mu\text{m}$ . Formation of oxynitride glass in the bonding interfaces was confirmed by Auger electron spectroscopy.

[0047]

In order to confirm the air-tightness of the bonding part of the substrate upper plate and the covering plate of each substrate-holding device produced in such a manner, each substrate-holding device was subjected to a durability test. The results of the test are shown in Table 1. Summary of the durability test was as follows.

[0048]

Each ceramic heater was heated from a room temperature to the highest temperature, 700°C, in 1 hour by applying electricity to the ceramic heater and kept at the highest temperature for 30 minutes and then gradually cooled to a room temperature. The air-tightness of the foregoing bonding part was tested by a leak test using He gas after such a heat cycle was repeated 100 times. The evaluation standards of the air-tightness were as follows.

○: the leakage amount of He was  $10^{-9}$  torr · l/sec or less:

△: the leakage amount of He was  $10^{-9}$  to  $10^{-8}$  torr · l/sec: and

×: the leakage amount of He was  $10^{-8}$  torr · l/sec or more.

[0049]

[Table 1]

	Adhesive raw material powder composition (% by weight)				Air-tightness
	Dy <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	
Example 1	15	10	25	50	○
Example 2	15	15	25	45	○
Example 3	15	15	20	50	○
Example 4	20	20	20	40	○
Example 5	25	25	15	35	○

[0050]

[Comparative Examples 1 to 6]

Substrate-holding devices were produced according to Examples 1 to 5 and subjected to the durability test. The glassy adhesive compositions employed were as shown in Table 2.

[0051]

[Table 2]

	Adhesive raw material powder composition (% by weight)				Air-tightness
	Dy <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	
Comparative Example 1	0	20	40	40	×
Comparative Example 2	0	35	20	45	△
Comparative Example 3	0	40	10	50	×
Comparative Example 4	20	0	40	40	×
Comparative Example 5	35	0	20	45	△

Comparative Example 6	40	0	10	50	×
--------------------------	----	---	----	----	---

[0052]

[Example 6]

[Plasma durability test]

The substrate-holding device of Example 1 was set in a vacuum chamber and plasma was generated in atmosphere of  $\text{CF}_4 + \text{H}_2$  (5 torr) for a durability test to find that the plasma was stable even after 500 hours and the device was excellent in durability.

[0053]

[Comparative Example 7]

A substrate lower plate, a substrate upper plate, an electrode plate and heater elements same as those of Examples 1 to 5 were made ready. The heater elements were fitted in the recessed grooves of the substrate lower plate and the electrode plate was put on the substrate upper plate and they were bonded to one another by using an adhesive consisting of Ag (72% by weight)-Cu (25% by weight)-Ti (3% by weight) at  $870^\circ\text{C}$  for 20 minutes in vacuum of  $10^{-5}$  torr. After that, a 10  $\mu\text{m}$ -thick aluminum nitride thin film was deposited on the electrode plate by CVD method to produce a substrate-holding device. The substrate-holding device was subjected to the durability test according to the test in Example 6 to find that the plasma became unstable after 120 hours and plasma generation was ceased after 165 hours. That is supposedly attributed to decrease of the intrinsic volume resistance of the aluminum nitride thin film. When the air-tightness of the substrate-holding device was tested according to the test in Examples 1 to 5, He leakage amount



was  $10^{-5}$  torr · l/sec and the air-tightness of the bonding parts was found inferior.

[0054]

[Effects of the Invention]

As described above, a substrate-holding device according to claim 1 of the present invention is a substrate-holding device comprising: a substrate made of a ceramic sintered body; a covering plate, made of a ceramic sintered body, for covering the entire region of the bonding face of the substrate; an electrode plate made of a metal, which is between the substrate and the covering plate; and an electrode for application having one end connected to the electrode plate, wherein the substrate and the covering plate are air-tightly bonded to each other by an adhesive, and an oxynitride glass layer containing at least two elements selected from group IIIa elements in the periodical table, aluminum and silicon is formed in the bonding interface. Therefore, the substrate-holding device is excellent in stability against plasma; bonding parts of the device are not cracked even when the device is burdened with thermal load by repeated heating and cooling and exposed to high temperature atmosphere for a long duration; the electrode plate made of a metal of the device is prevented from exposure to plasma; and heavy metal contamination can be prevented.

[0055]

Further, in a substrate-holding device according to claim 2, the electrode plate functions as an electrode for plasma generation by application of a high frequency voltage and/or an electrode for

electrostatic attraction by application of a direct current voltage.

Therefore, burning out of the electrode plate does not take place even when high frequency voltage is applied; being excellent in durability of the electrode; plasma can be densely, stably and evenly generated in the whole region; and connection of the electrode plate and the application electrode can be reliably secured between a plane and a rod.

[0056]

Further, in a substrate-holding device according to claim 3, the ceramic sintered body is an aluminum nitride sintered body or an aluminum nitride-based sintered body and the electrode plate is made of a high melting point metal such as molybdenum, tungsten, tantalum, niobium or an alloy thereof. Therefore, the device can be uniform and highly heat resistant; partial abnormal heat generation can be prevented; and durability is thus improved.

[Brief Description of the Drawings]

Fig. 1 is a vertical cross-sectional view of a substrate-holding device according to an embodiment of the present invention.

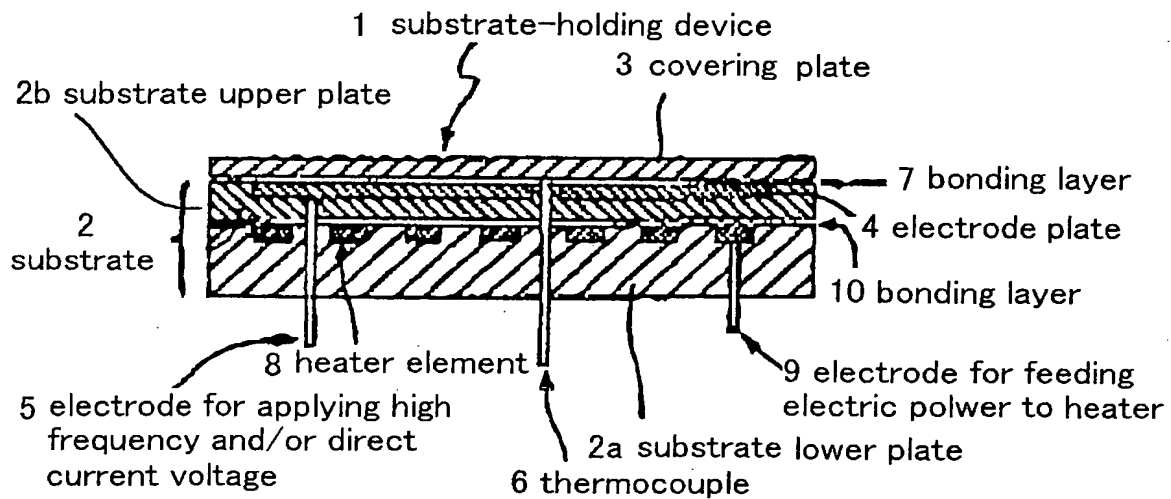
Fig. 2 is a vertical cross-sectional exploded view for illustrating a substrate-holding device according to another embodiment of the present invention.

[Explanation of Symbols]

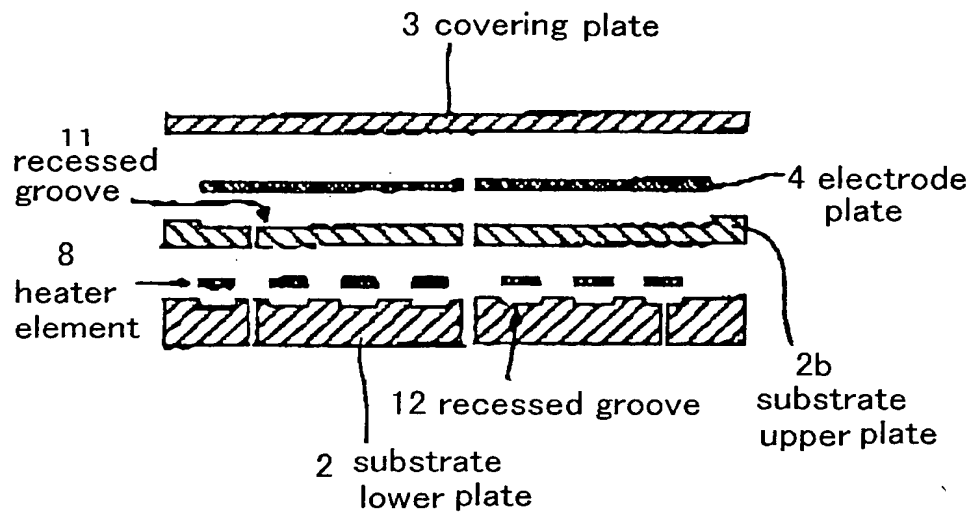
- 1 substrate-holding device
- 2 substrate made of ceramic sintered body
- 2a substrate lower plate
- 2b substrate upper plate

- 3 covering plate made of ceramic sintered body
- 4 electrode plate made of metal
- 5 electrode for applying high frequency and/or direct current voltage
- 6 thermocouple
- 7 bonding layer
- 8 heater element
- 9 electrode for feeding electric power to heater
- 10 bonding layer
- 11, 12 recessed grooves

[Fig.1]



[Fig.2]



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

文南大7  
(11) 特許出願公開番号  
特開2000-277592  
(P2000-277592A)

(43) 公開日 平成12年10月6日 (2000.10.6)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テマコード (参考)
H 0 1 L 21/68		H 0 1 L 21/68	R 4 G 0 2 6
C 0 4 B 37/00		C 0 4 B 37/00	A 5 F 0 3 1
H 0 1 L 21/205		H 0 1 L 21/205	5 F 0 4 5

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平11-76775

(22) 出願日 平成11年3月19日 (1999.3.19)

(71) 出願人 000183266

住友大阪セメント株式会社  
東京都千代田区神田美土代町1番地

(72) 発明者 遠藤 和則

千葉県船橋市豊富町585番地 住友大阪セ  
メント株式会社新材料事業部内

(72) 発明者 渋谷 和典

千葉県船橋市豊富町585番地 住友大阪セ  
メント株式会社新材料事業部内

(74) 代理人 100075199

弁理士 土橋 皓

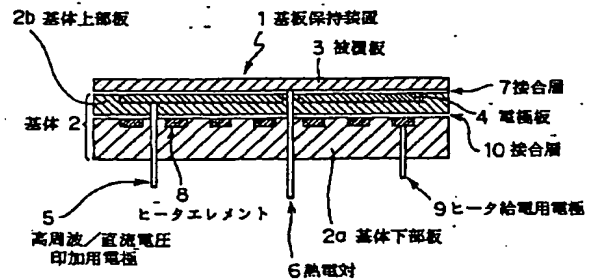
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 基板保持装置

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 プラズマ安定性に優れ、しかも繰り返しの昇温や降温の熱負荷や高温雰囲気中に長時間曝されても接合部にクラックが入らず、金属製電極板がプラズマに曝されることがなく、もって重金属汚染の虞がない基板保持装置を提供する。

【解決手段】 セラミックス焼結体製の基体2と、この基体の接合面の全領域を覆うセラミックス焼結体製の被覆板3を備えるとともに、前記基体と前記被覆板との間に把持された金属製の電極板4と、この電極板に一端が接続された印加用電極5を備えた基板保持装置1であって、前記基体と前記被覆板とは接合剤により気密に接合され、その接合界面には周期表第 IIIa 属元素から選ばれた少なくとも2種の元素と、アルミニウムと、珪素を含むオキシナイトライドガラス層が形成されているように構成する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】セラミックス焼結体製の基体と、この基体の接合面の全領域を覆うセラミックス焼結体製の被覆板を備えるとともに、前記基体と前記被覆板との間に把持された金属製の電極板と、この電極板に一端が接続された印加用電極を備えた基板保持装置であって、前記基体と前記被覆板とは接合剤により気密に接合され、その接合界面には周期表第 IIIa 属元素から選ばれた少なくとも2種の元素と、アルミニウムと、珪素を含むオキシナイトライドガラス層が形成されていることを特徴とする基板保持装置。

【請求項2】前記電極板が、高周波電圧の印加によりプラズマ発生用電極として、及び／又は、直流電圧の印加により静電吸着用電極として機能することを特徴とする請求項1に記載の基板保持装置。

【請求項3】前記セラミックス焼結体は、窒化アルミニウム焼結体または窒化アルミニウム基焼結体からなり、前記電極板はモリブデン、タングステン、タンタル、ニオブ若しくはこれらの合金等の高融点金属からなることを特徴とする請求項1に記載の基板保持装置。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、半導体製造装置等におけるウエハの成膜加工等に用いる基板保持装置に関する。

【0002】

【従来の技術】プラズマを利用した半導体製造プロセスにおいては、基板を載置するステージにさまざまな機能が求められている。例えば、プラズマ発生機能、基板をステージに密着させるための静電吸着機能、基板温度を一定に保つための温度制御機能等である。そして、これらの機能の全てを一体化された1つのステージでまかなえば、コンパクトで極めて効率の高い基板保持装置ができあがる。

【0003】従来から、窒化アルミニウムセラミック等からなる基体上に金属製の電極板を接合し、更に該電極板の表面に窒化アルミニウム膜を被着した吸着面を備え、前記電極板にプラズマ発生用の高周波電圧及び／又は静電吸着用の直流高電圧を印加するように構成された基板保持装置が知られている。

【0004】また、他の基板保持装置として、モリブデン等の高融点金属で形成された板状のプラズマ電極が上下2枚の窒化アルミニウムセラミックスに把持され、前記窒化アルミニウムセラミックス同士が絶縁性を有する耐熱性ガラス質接合剤で接合されたものが知られている。

【0005】【問題点】従来の技術における基板保持装置のうち、金属製の電極板に窒化アルミニウム膜を被着したタイプの基板保持装置にあっては、前記窒化アルミニウム膜はCVD法等の気相成長法により形成されるも

のであるため、皮膜の密着力が必ずしも充分でなく、膜厚を厚くすると剥離しやすいので、膜厚は10 $\mu$ m程度が限度であった。そして、膜厚が10 $\mu$ m以下であると、プラズマに曝される部分の窒化アルミニウム膜がラジカルな分子、原子によって叩かれて薄くなり、体積抵抗率が低下してプラズマが均一に発生しにくくなり、耐久性が悪いという問題点があった。

【0006】また、窒化アルミニウムセラミックス同士を耐熱性ガラス質接合剤で接合したタイプの基板保持装置にあっては、繰り返しの昇温・降温の熱付加や高温雰囲気中に長時間曝され、また接合部の接合強度もバラツキが大きいため、接合部にクラックが入りやすく、プラズマ発生用の金属電極がプラズマに曝されて電極用金属材料からの重金属汚染が生ずるという問題点があった。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、従来技術の前記問題点に鑑みてなされたものであり、その課題とするところは、プラズマ安定性に優れ、しかも繰り返しの昇温・降温の熱負荷や高温雰囲気に長時間曝されても接合部にクラックが入らず、金属製電極板がプラズマに曝されることがなく、もって重金属汚染の虞がない基板保持装置を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】前記課題を効果的に解決できる具体的に構成した手段として、本発明の請求項1に係る基板保持装置は、セラミックス焼結体製の基体と、この基体の接合面の全領域を覆うセラミックス焼結体製の被覆板を備えるとともに、前記基体と前記被覆板との間に把持された金属製の電極板と、この電極板に一端が接続された印加用電極を備えた基板保持装置であって、前記基体と前記被覆板とは接合剤により気密に接合され、その接合界面には周期表第 IIIa 属元素から選ばれた少なくとも2種の元素と、アルミニウムと、珪素を含むオキシナイトライドガラス層が形成されていることを特徴とするものである。

【0009】また、請求項2に係る基板保持装置は、前記電極板が、高周波電圧の印加によりプラズマ発生用電極として、及び／又は、直流電圧の印加により静電吸着用電極として機能することを特徴とする。

【0010】また、請求項3に係る基板保持装置は、前記セラミックス焼結体は、窒化アルミニウム焼結体または窒化アルミニウム基焼結体からなり、前記電極板はモリブデン、タングステン、タンタル、ニオブ若しくはこれらの合金等の高融点金属からなることを特徴とする。

【0011】

【発明の実施の形態】以下、発明の実施の形態について詳細に説明する。ただし、この実施の形態は、発明の趣旨をより良く理解させるため具体的に説明するものであり、特に指定のない限り、発明内容を限定するものではない。

【0012】この実施の形態においては、図1、2に示すように、基板保持装置1は、上面に凹溝11が形成されたセラミックス焼結体製の基体2と、この凹溝に装填された金属製の電極板4と、前記基体2と前記電極板4の全領域を覆い、基板（図示せず）を載置するセラミックス焼結体製の被覆板3と、前記電極板4に一端が接続され、耐熱性に優れたモリブデンにより形成されたプラズマ発生用の高周波電圧及び／又は静電吸着用の直流電圧を印加する印加用電極5と、前記被覆板3の温度を測定する熱電対6を備えている。

【0013】そして、前記基体2と前記被覆板3とは接合剤により気密に接合され、その接合界面には周期表第IIIa族元素から選ばれた少なくとも2種の元素と、アルミニウムと、珪素を含むオキシナイトライドガラス層が形成され、接合後の接合層7の厚みが5～180μmとなるよう構成されている。

【0014】また、この実施の形態に係る基板保持装置1にあっては、前記基体2の内部にヒータエレメント8が設けられても良い。すなわち、前記基体2は、上面に凹溝12が形成されたセラミックス焼結体製の基体下部板2aと、この凹溝12に装填されたヒータエレメント8と、前記基体下部板2aと前記ヒータエレメント8の全領域を覆うセラミックス焼結体製の基体上部板2bと、前記ヒータエレメント8に一端が接続され、耐熱性に優れたモリブデンにより形成された少なくとも1対のヒータ給電用電極9を備えている。

【0015】そして、前記基体下部板2aと前記基体上部板2bとは接合剤により気密に接合され、その接合界面には周期表第IIIa族元素から選ばれた少なくとも2種の元素と、アルミニウムと、珪素を含むオキシナイトライドガラス層が形成され、接合後の接合層10の厚みが5～180μmとなるように構成されている。

【0016】以下、本発明を構成する各構成要件について詳述する。

〔電極板〕電極板4に印加用電極5を介してプラズマ発生用電源から高周波電圧を印加することにより、プラズマを発生させることが可能となる。このとき、電極板4は0.025mm以上の充分な厚みT<sub>1</sub>を持った金属板であるため、①前記高周波電圧を印加しても発熱して焼き切れる虞がない他、②格子状またはメッシュ状の電極を用いた場合と異なり、全域に緻密、安定、且つ均一なプラズマを発生させることができ、③更に、電極板4と印加用電極5との連結を面／ロッド間で確実にできる等の利点を有する。

【0017】また、前記電極板4に印加用電極5を介して静電吸着用電源より500V程度の直流高電圧を印加すると、被覆板3が絶縁体として機能し、シリコン基板等の被吸着物を静電吸着させることが可能となる。なお、電極板4にプラズマ発生用電源の高周波電圧と静電吸着用電源の直流高電圧の両方を印加する場合には、高周波

をカットできるフィルタを静電吸着用電源と給電用電極間に設置すればよい。

【0018】更に、前記電極板4は、①セラミックスの熱膨張係数に近似する熱膨張係数を有すること、②接合工程中の熱処理温度及び雰囲気に安定であること、③固有抵抗値が低いこと、④室温～1000℃までの実用温度域での長期使用が可能である等の理由から、モリブデン、タングステン、タンタル、ニオブ若しくはこれらの合金等の高融点金属からなることが好ましい。

10 【0019】〔セラミックス焼結体〕前記基体下部板2a、前記基体上部板2b、前記被覆板3の材質は特に限定されるものではないが、熱伝導性、機械的強度、耐プラズマ性に優れ、CF<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>F<sub>4</sub>、C<sub>3</sub>F<sub>8</sub>等のプラズマクリーニングガスに対する耐久性に優れる等の理由から、窒化アルミニウム焼結体、または窒化アルミニウム基焼結体により形成されてなることが好ましい。この窒化アルミニウム焼結体または窒化アルミニウム基焼結体は公知の方法にて製造したものを用いることができる。

20 【0020】〔ガラス質接合剤〕前記電極4を挟持する前記基体2と前記被覆板3との間、及び前記ヒータエレメント8を挟持する前記基体下部板2aと前記基体上部板2bとの間を気密に接合する接合層として、周期表第IIIa族元素から選ばれた少なくとも2種の元素、アルミニウム、珪素を含有するオキシナイトライドガラス層を用いるとした理由は次のとおりであり、このガラス質接合層を用いることにより、前記接合層7、10の気密性を大幅に向上させ得ると共に、この気密性を長期に亘って確保し得る。

30 【0021】即ち、前記成分を有するオキシナイトライドガラスはセラミックス焼結体との濡れ性が良好であり、接合強度が優れ、接合層7、10の気密性が良好で、接合強度のバラツキも小さく、耐熱性にも優れている。

40 【0022】前記成分を含有するオキシナイトライドガラスの熱膨張係数は $3 \times 10^{-6} \sim 8 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ であり、例えばセラミックス焼結体の中で好適に使用される窒化アルミニウム焼結体の熱膨張係数（ $3.8 \times 10^{-6} \sim 4.7 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ ）と一致もしくは近似し、もって繰り返しの昇温、降温の熱負荷時の熱応力による接合層7、10の破損、即ちクラックの発生を回避することができ、前記接合層7、10の気密性を長期に亘って確保することができる。また、前記成分を含有するオキシナイトライドガラス層のガラス軟化点T<sub>g</sub>は850～950℃と高く、高温雰囲気に長時間晒されても接合層7、10が劣化しない。

50 【0023】前記オキシナイトライドガラス層を形成し得る接合剤は、以下のように製造する。まず、接合材原料粉末として、例えば周期表第IIIa族元素から選ばれた少なくとも2種の元素の酸化物と、二酸化珪素と、酸

化アルミニウムとを混合するか、または熱処理によりこれらに変化する化合物を混合する。

【0024】ここに、周期表第 IIIa 族元素の酸化物としては特に限定されず  $Y_2O_3$ 、 $Dy_2O_3$ 、 $Er_2O_3$ 、 $Gd_2O_3$ 、 $La_2O_3$ 、 $Yb_2O_3$ 、 $Sm_2O_3$ 、等を例示することができる。これらのうち、価格、入手のしやすさの点から、用いる周期表第 IIIa 族元素の酸化物の1つは  $Y_2O_3$  が最適であり、他の周期表第 IIIa 族元素の酸化物はこの  $Y_2O_3$  と全率固溶体を形成しやすい  $Dy_2O_3$ 、 $Er_2O_3$ 、 $Yb_2O_3$  が好適であり、特に  $Dy_2O_3$  は価格の点からも好適である。

【0025】また、前記各成分の組成比率も特に限定されないが、周期表第 IIIa 族元素から選ばれた少なくとも2種の元素の酸化物を含量で20～50重量%、二酸化珪素を30～70重量%、酸化アルミニウムを10～30重量%含む溶融体が形成されるように配合するのが、得られる溶融体の融点が低く、またセラミックス部材等との濡れ性にも優れるので好ましい。更に、周期表第 IIIa 族元素が2種の場合は、周期表第 IIIa 族元素の酸化物がモル比で約1:1となるよう配合されるのが、接合材の融点が最も低くなるので好適である。

【0026】そして、上述の原料混合粉末を、例えば粒径  $5\mu m$  以下に粉砕し、 $1500\sim 1700^\circ C$  で溶融した後急冷してガラス質の冷却物を得、これを粒径  $5\mu m$  程度に粉砕して均一組成の溶融体微粉末の接合剤を調整する。この接合材の調製時の雰囲気は特に限定されないが、窒素雰囲気下で行うとオキシナイトライドガラスが形成され、非窒素雰囲気下で行うとオキサイドガラスが形成される。しかし、本発明にあっては接合界面にオキシナイトライドガラス層が形成されてなることが必須であるため、接合材の調製は窒素含有雰囲気下で行い、接合剤を予めオキシナイトライドガラス化させておくのが好ましい。窒素含有雰囲気は、 $N_2$  ガス、 $H_2-N_2$  混合ガス又は  $NH_3$  ガス等を用いることにより得られる。

【0027】また、前記接合材には、 $Si$ 、 $N$ 、粉末及び/又は  $AlN$  粉末を外割りで1～50重量%配合することが好ましい。即ち、 $Si$ 、 $N$ 、粉末や  $AlN$  粉末の添加は、このオキシナイトライドガラスの熱膨張係数を下げると共に耐熱性も向上する。配合率1重量%未満では添加する意味がなく、50重量%超では接合強度の低下をもたらすので好ましくない。添加する  $Si$ 、 $N$ 、粉末及び/又は  $AlN$  粉末の粒径は特に限定されないが、均一な濃度のオキシナイトライドガラスを形成させることができる点で平均粒径  $0.8\mu m$  以下のものが好ましい。

【0028】〔接合層の厚み〕前記基体2と前記被覆板3との接合後の接合層7の厚みを  $5\sim 180\mu m$ 、前記基体下部板2aと前記基体上部板2bとの接合後の接合層10の厚みを  $5\sim 180\mu m$  とすることが好適な理由は次のとおりであり、前記接合部の気密性を更に強固に確保

し得る。

【0029】即ち、接合層7の厚みが  $5\mu m$  未満では、接合層7の端部におけるフィレットの形成が不十分であることから、接合部7の気密性を確保できず、また接合強度も不足する。一方、接合層7の厚みが  $180\mu m$  超では、接合層7の気密性は確保できるものの、接合強度の低下が起こりやすく、また、接合時の加熱処理により溶融したガラス質接合剤が接合層7の端部から流出して基体2と被覆板3とを平行に接合することができず、もって製品歩留まりが低下し、また接合作業にも支障を来す虞がある。

【0030】また、接合層10の厚みが  $5\mu m$  未満では、接合層10の端部におけるフィレットの形成が不十分であることから、接合部10の気密性を確保できず、また接合強度も不足する。一方、接合層10の厚みが  $180\mu m$  超では、接合層10の気密性は確保できるものの、接合強度の低下が起こりやすく、また、接合時の加熱処理により溶融したガラス質接合剤が接合層10の端部から流出して基体下部板2aと基体上部板2bとを平行に接合することができず、もって製品歩留まりが低下し、また接合作業にも支障を来す虞がある。

【0031】〔ヒータエレメント〕前記ヒータエレメント8の材質はとくに限定されるものではないが、後述する理由から、添加剤が添加されることなく焼結され、焼結密度が  $2.8g/cm^3$  以上、室温での電気比抵抗が  $0.1\Omega cm$  以下の炭化珪素焼結体からなることが好ましい。そして、このヒータエレメント8に通電することにより、被覆板3を所定の温度に保持することができる。

【0032】このような炭化珪素セラミックス焼結体からなるヒータエレメント8は、例えば、特開平4-65361号公報に記載されている概略下記のいずれかの方法で製造することができる。

① 平均粒子径が  $0.1\sim 10\mu m$  の第1の炭化珪素粉末と、非酸化性雰囲気のプラズマ中にシラン化合物またはハロゲン化珪素と炭化水素とからなる原料ガスを導入し、反応系の圧力を1気圧未満から  $0.1\text{ torr}$  の範囲で制御しつつ気相反応させることによって合成された平均粒子径が  $0.1\mu m$  以下の第2の炭化珪素粉末とを混合し、これを加熱し焼結することによって炭化珪素焼結体を得て、この焼結体を所望のパターンに従って放電加工してヒータエレメントとする。

【0033】② 非酸化性雰囲気のプラズマ中にシラン化合物またはハロゲン化珪素と炭化水素とからなる原料ガスを導入し、反応系の圧力を1気圧未満から  $0.1\text{ torr}$  の範囲で制御しつつ気相反応させることによって合成された平均粒子径が  $0.1\mu m$  以下である炭化珪素粉末を加熱し、焼結することによって炭化珪素焼結体を得て、この焼結体を所望のパターンに従って放電加工してヒータエレメントとする。

【0034】しかして、これらのヒータエレメント8は



添加剤無添加、即ち異種物質を添加することなく焼結された炭化珪素焼結体により形成されたものであるから、均質であり、その結果局所的な異常発熱はなく、接合層 10 の一部が熔融して前記接合部にリークが生じることではなく、前記接合層 10 の気密性を更に強固に確保し得るものである。

【0035】また、添加剤無添加であることから、極めて高純度であり、かつ、焼結密度が  $2.8 \text{ g/cm}^3$  という高密度な焼結体であることから、前記接合部にリークが生じて気密性が損なわれても、ヒータエレメント 10 からの添加剤、即ち不純物の蒸発はなく、反応チャンパー内が汚染される虞はない。更に、高温高強度にも優れることから熱衝撃によるヒータエレメント 8 の変形や断線がなく、更に室温での電気比抵抗が  $1 \Omega \cdot \text{cm}$  以下という低電気比抵抗であることからヒータエレメント 8 を細線化、薄膜化する必要はないことから、ヒータエレメント 8 が断線する虞はない。

【0036】そして、この実施の形態に係る基板保持装置は、例えば、次のようにして製造することができる。表面に凹溝を有する基体下部板 2 b、基体上部板 2 a は、表面に凸部が形成された金型をセラミックス成形体板にプレス押圧し、焼結して形成する。焼結温度等の焼結条件は従来法に従えばよい。また、被覆板 3 も従来法に従って形成する。

【0037】そして、電極板 4 を前記基体上部板 2 b の前記凹溝 10 に、前記方法に従って形成されたヒータエレメント 8 を前記基体下部板 2 a の前記凹溝 11 にそれぞれ装填する。

【0038】次いで、微粉碎された前記ガラス質接合剤をスクリーンオイルと混合してペースト化し、このペースト状ガラス質接合剤を、前記凹溝 11 に前記ヒータエレメント 8 が装填された前記基体下部板 2 a と前記基体上部板 2 b のそれぞれの接合面、及び前記凹溝 10 に前記電極板 4 が装填された前記基体上部板 2 b と前記被覆板 3 のそれぞれの接合面に塗布し、 $100 \sim 200^\circ \text{C}$  で乾燥する。

【0039】その後、ガラス質接合剤が塗布された面を介して、前記基体下部板 2 a と、前記基体上部板 2 b と、前記被覆板 3 とを、前記ヒータエレメント 8 と前記電極板 4 とをそれぞれ挟持した状態で積層し、電気炉中で加熱してガラス質接合剤を熔融し、 $1300 \sim 1500^\circ \text{C}$  で  $5 \sim 40$  分加熱して接合する。

【0040】この加熱は常圧又は  $10$  気圧程度以下の加圧下において行なわれる。加熱時の雰囲気は用いる接合剤により異なる。即ち、オキシナイトライドガラスを含有する接合剤を用いる場合は、接合剤が予めオキシナイトライド化しているため、非窒素含有雰囲気であっても良いが、好適には窒素含有雰囲気である。これに対して、オキサライドガラスを含有する接合剤を用いる場合は、オキサライドガラスをオキシナイトライド化するため

の窒素源が必要となり、窒素含有雰囲気で行う。なお、窒素含有雰囲気は、 $\text{N}_2$  ガス、 $\text{H}_2$ 、 $-\text{N}_2$  混合ガス又は  $\text{NH}_3$  ガス等を用いることにより得られる。

【0041】加熱熔融した接合剤は冷却固化することにより接合強度を持ち得るようになるが、急速冷却を行わず徐冷することにより、窒素の取り込み量を高い状態で保持しつつオキシナイトライドガラス層の安定化を図ることが好ましい。冷却速度は  $50^\circ \text{C/min}$  以下が好ましく、更に好ましくは  $30^\circ \text{C/min}$  以下である。

【0042】なお、接合後の接合層 7、10 の厚みをそれぞれ前記範囲とするためには、微粉碎されたガラス質接合剤とスクリーンオイルとの量比、ペースト状ガラス質接合剤の塗布量、接合時の加熱温度、時間等の処理条件を適宜調整することにより行うことができる。

【0043】

【実施例】以下、実施例を詳述する。

【実施例 1～5】表面に幅  $5 \text{ mm}$ 、深さ  $3 \text{ mm}$  のヒータエレメント装填用のスパイラル状凹溝が設けられた直径  $220 \text{ mm}$ 、厚み  $15 \text{ mm}$  の窒化アルミニウム焼結体製の基体下部板と、表面に直径  $200 \text{ mm}$ 、深さ  $0.3 \text{ mm}$  の金属製電極板装填用の円盤状凹溝が設けられた直径  $220 \text{ mm}$ 、厚み  $8 \text{ mm}$  の窒化アルミニウム焼結体製の基体上部板と、直径  $220 \text{ mm}$ 、厚み  $1 \text{ mm}$  の窒化アルミニウム焼結体製の被覆板を従来法に従って形成した。

【0044】一方、焼結助剤や導電性を付与するための添加剤が添加されることなく焼結され、焼結密度が  $3.1 \text{ g/cm}^3$ 、室温での電気比抵抗が  $0.05 \Omega \cdot \text{cm}$  の炭化珪素焼結体からなり、前記スパイラル状凹溝に装填し得る形状のヒータエレメントを、前記段落番号【0033】の製造方法①により形成した。この製造方法①で用いられる第 1 の炭化珪素粉末の平均粒径は  $0.7 \mu \text{m}$ 、添加量は  $95$  重量%、第 2 の炭化珪素の平均粒径は  $0.01 \mu \text{m}$ 、添加量は  $5$  重量%であり、ホットプレス焼結条件はプレス圧  $400 \text{ kg/cm}^2$ 、焼結温度  $2200^\circ \text{C}$ 、焼結時間  $90$  分である。また、電極板として、直径  $200 \text{ mm}$ 、厚み  $0.3 \text{ mm}$  のモリブデン金属板を用意した。

【0045】次いで、表 1 に示す組成を有するガラス質接合剤（粒径約  $2 \mu \text{m}$ ）を市販のスクリーンオイルと混合してペースト化し、このペースト状ガラス質接合剤を、前記スパイラル状凹溝に前記ヒータエレメントが装填された前記基体下部板と前記基体上部板のそれぞれの接合面、及び前記円盤状凹溝に前記電極板が装填された前記基体上部板と前記被覆板のそれぞれの接合面に塗布し、 $100 \sim 200^\circ \text{C}$  で乾燥した。

【0046】その後、ガラス質接合剤が塗布された面を介して、前記基体下部板と、前記基体上部板と、前記被覆板とを、前記ヒータエレメントと前記電極板とをそれぞれ挟持した状態で積層し、 $\text{N}_2$  ガス雰囲気の電気炉中で加熱してガラス質接合剤を熔融し、 $1400^\circ \text{C}$  で  $20$  分加熱して気密に接合した。冷却速度は  $25^\circ \text{C/min}$ 、

接合後の接合層の厚みは共に 50  $\mu\text{m}$ であった。また、接合界面にはオキシナイトライドガラスが形成されていることを、オージェ電子分光法により確認した。

【0047】このようにして得られた基板保持装置の、基体上部板と被覆板との接合部の気密性を確認するために、耐久性試験に供した。試験結果を表1に示す。なお、耐久性試験の概要は下記のとおりである。

【0048】セラミックスヒータに通電して、室温から最高温度 700°Cまで1時間で昇温し、最高温度に 30 分\*

\*間保持し、その後室温まで徐冷する。このヒートサイクルを100回負荷した後の前記接合部の気密性を、Heガスをを用いたリークテストにより試験した。なお、気密性の評価基準は下記のとおりである。

○: Heリーク量が $10^{-8}$  torr $\cdot$ l /sec 以下

△: Heリーク量が $10^{-8}$  ~  $10^{-7}$  torr $\cdot$ l /sec

×: Heリーク量が $10^{-7}$  torr $\cdot$ l /sec 以上

【0049】

【表1】

	接合剤原料粉末組成 (重量%)				気密性
	Dy <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	
実施例1	15	10	25	50	○
実施例2	15	15	25	45	○
実施例3	15	15	20	50	○
実施例4	20	20	20	40	○
実施例5	25	25	15	35	○

【0050】【比較例1~6】実施例1~5に準じて基 20※【0051】  
板保持装置を作製し、耐久性試験に供した。ただし、ガ 【表2】

ラス質接合剤の組成は表2に示すとおりである。 ※

	接合剤原料粉末組成 (重量%)				気密性
	Dy <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	
比較例1	0	20	40	40	×
比較例2	0	35	20	45	△
比較例3	0	40	10	50	×
比較例4	20	0	40	40	×
比較例5	35	0	20	45	△
比較例6	40	0	10	50	×

【0052】【実施例6】

「プラズマ耐久性試験」実施例1の基板保持装置を真空チャンバー内に設置し、CF<sub>4</sub> + H<sub>2</sub> (5torr) の雰囲気中でプラズマを発生させ、その耐久性試験を実施したところ、500時間経過後においてもプラズマは安定しており、耐久性に優れていることが確認された。

【0053】【比較例7】実施例1~5と同一の基体下部板、基体上部板、電極板及びヒータエレメントをそれぞれ用意した。前記基体下部板の凹溝に前記ヒータエレメントを装填し、前記基体上部板の上に前記電極板を載置し、これらをAg (72重量%) - Cu (25重量%) - Ti (3重量%) からなる接合剤を用い、 $10^{-4}$  torrの真空中、870°C、20分間の条件下で接合し、その後、前記電極板の上に厚み 10  $\mu\text{m}$ の窒化アルミニウム薄膜をCVD法により形成して、基板保持装置を作成した。この基板保持装置の耐久性を実施例6に準じて試験したところ、120時間経過後にはプラズマが不安定とな

り、165時間経過後にはプラズマの発生が停止した。このことは前記窒化アルミニウム薄膜の体積固有抵抗値が低下したためと思われる。また、この基板保持装置の気密性を実施例1~5に準じて試験したところ、Heリーク量が $10^{-8}$  torr $\cdot$ l /sec となり、接合部の気密性が劣ることが確認された。

40 【0054】

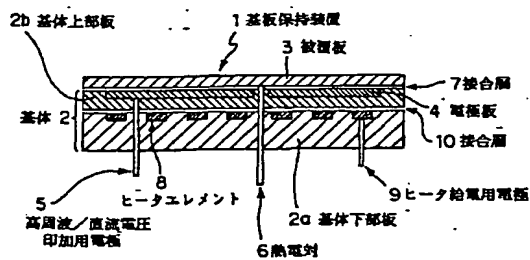
【発明の効果】以上のように、本発明の請求項1に係る基板保持装置では、セラミックス焼結体製の基体と、この基体の接合面の全領域を覆うセラミックス焼結体製の被覆板を備えるとともに、前記基体と前記被覆板との間に把持された金属製の電極板と、この電極板に一端が接続された印加用電極を備えた基板保持装置であって、前記基体と前記被覆板とは接合剤により気密に接合され、その接合界面には周期表第 IIIa 属元素から選ばれた少なくとも2種の元素と、アルミニウムと、珪素を含むオキシナイトライドガラス層が形成されていることによ

り、プラズマ安定性に優れ、しかも繰り返しの昇温・降温の熱負荷や高温雰囲気中に長時間曝されても接合部にクラックが入ることがなくなり、前記電極板がプラズマに曝されることがなく、重金属汚染を防止することができる。

【0055】また、請求項2に係る基板保持装置では、前記電極板が、高周波電圧の印加によりプラズマ発生用電極として、及び／又は、直流電圧の印加により静電吸着用電極として機能することにより、高周波電圧を印加しても焼き切れることがなく、電極板の耐久性に優れ、全域に緻密、安定、かつ均一なプラズマを発生することができ、また、電極板と印加用電極との連結を面／ロッド間で確実に行うことができる。

【0056】また、請求項3に係る基板保持装置では、前記セラミックス焼結体は、窒化アルミニウム焼結体または窒化アルミニウム基焼結体からなり、前記電極板はモリブデン、タングステン、タンタル、ニオブ若しくはこれらの合金等の高融点金属からなるから、均質で耐熱性が高く、しかも局所的な異常発熱が生じないようにすることができ、耐久性を向上することができる。 \*20

【図1】



\*【図面の簡単な説明】

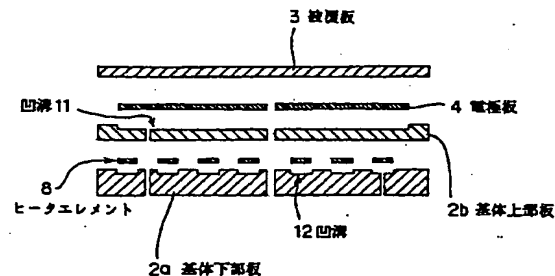
【図1】本発明の実施の形態における基板保持装置を示す縦断面図である。

【図2】本発明の実施の形態における基板保持装置を示す縦断面分解説明図である。

【符号の説明】

- 1 基板保持装置
- 2 セラミックス焼結体製の基体
- 2a 被覆下部板
- 2b 被覆上部板
- 3 セラミックス焼結体製の被覆板
- 4 金属製の電極板
- 5 高周波／直流電圧 印加用電極
- 6 熱電対
- 7 接合層
- 8 ヒータエレメント
- 9 ヒータ給電用電極
- 10 接合層
- 11, 12 凹溝

【図2】



フロントページの続き

(72)発明者 渡辺 剛志  
千葉県船橋市豊富町585番地 住友大阪セ  
メント株式会社新材料事業部内  
(72)発明者 井上 克郎  
千葉県船橋市豊富町585番地 住友大阪セ  
メント株式会社新材料事業部内  
(72)発明者 村上 嘉彦  
千葉県船橋市豊富町585番地 住友大阪セ  
メント株式会社新材料事業部内

(72)発明者 橋本 昌幸  
千葉県船橋市豊富町585番地 住友大阪セ  
メント株式会社新材料事業部内  
(72)発明者 生原 幸雄  
千葉県船橋市豊富町585番地 住友大阪セ  
メント株式会社新材料事業部内  
Fターム(参考) 4G026 BA16 BB16 BF02 BF43 BF46  
BG02 BG27 BH13  
5F031 HA02 HA16 MA28  
5F045 BB14 EH04 EH08 EK09 EM02  
EM05 EM09